

PARTIAL ENGLISH TRANSLATION of
Japanese Patent Laid-Open No. Sho 60-72998

2. CLAIMS

1 A process for preparing a powdery surfactant detergent characterized by mixing a mixture containing an alkylbenzenesulfonic acid and an alkyl sulfate in a weight ratio of from 5/1 to 1/2 with sodium carbonate in an amount of from 2 to 10 moles and water in an amount of from 1 to 10 moles, based on 1 mole of the mixture, under a high shearing force and neutralizing the mixture, and thereafter pulverizing the resulting mixture.

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭60-72998

⑪ Int. Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和60年(1985)4月25日

C 11 D 11/00
B 01 F 17/00
17/02
17/12

6660-4H
8317-4G
8317-4G
8317-4G

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑭ 発明の名称 粉末物性に優れた界面活性剤粉体組成物の製造法

⑮ 特 願 昭58-183541

⑯ 出 願 昭58(1983)9月30日

⑰ 発 明 者 佐 々 嘉 正 和歌山市関戸3丁目6の35

⑱ 発 明 者 石 川 剛 和歌山市西浜1130

⑲ 発 明 者 小 林 三 喜 雄 和歌山市西浜1450

⑳ 出 願 人 花王石鹼株式会社 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

㉑ 代 理 人 弁理士 古 谷 馨

明 細 書

1. 発明の名称

粉末物性に優れた界面活性剤粉体組成物の製造法

2. 特許請求の範囲

1. アルキルベンゼンスルホン酸及びアルキル硫酸エステルを $\frac{1}{2}$ ～ $\frac{1}{4}$ の重量比で含む混合物を該混合物1モルに対し2～10モルの炭酸ナトリウム及び1～10モルの水分と共に強力な剪断力下に混合中和したのち粉砕することを特徴とする界面活性剤粉体組成物の製造法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は界面活性剤粉体組成物の製造法に関する。更に詳しくは高濃縮粉末洗剤に進する高濃度かつ高濃度に活性成分を含有する自由流動性に優れた界面活性剤粉体組成物の製造法に関する。

従来、アニオン性界面活性剤ベースの粉末組成物は、スラリーを噴霧乾燥して得られていたが、近年省エネルギー、省資源という観点から、

噴霧乾燥を経ない方法が提案されつつある。

しかしながら、アニオン性界面活性剤高濃度品については今だ満足な方法は見つかっていない。例えば米国特許第3454947号明細書は、アルキルベンゼンスルホン酸の炭酸水素ナトリウムによるドライ中和について記載するが中和品はペースト状(棒状品-Bar)であつて、従来A B Sベースのアニオン性界面活性剤の高濃度品としては粉末流動性の良好なものは製造困難であつた。

そこで本発明者らはA B Sベースの自由流動性に優れた高濃度アニオン性界面活性剤粉体組成物の製造法を得るべく、鋭意研究した結果、本発明を完成した。

即ち、本発明はアルキルベンゼンスルホン酸及びアルキル硫酸エステルを重量比で $\frac{1}{2}$ ～ $\frac{1}{4}$ の割合で、これら未中和物1モルに対し、2～10モルの炭酸ナトリウム及び1～10モルの水分と共に、混練機等の強力剪断装置内で混合し、中和したのち、粉砕することを特徴とする界面

活性剤粉体組成物の製造法を提供するものである。

本発明に使用されるアルキルベンゼンスルホン酸は、平均炭素数10～16のアルキル基を有する直鎖又は分岐鎖アルキルベンゼンを公知の方法で硫酸化して得られるものである。通常原料アルキルベンゼンを希釈された80_gガスと接触させて反応を行ない、その後数量に残る酸無水物を加水分解して得られる。純度92～98%、遊離硫酸0.5～4%、水0.2～1.0%、油分0.5～4%のものが通常得られる組成である。

本発明に使用されるアルキル硫酸エステルは、獣脂またはヤシ油等のトリグリセリドを還元することにより製造される平均炭素数10～18の脂肪族アルコール、または例えばオキソ合成またはテグラー合成によつて得られる合成アルコールの硫酸化により製造できる。純度92～98%、遊離硫酸1～4%、未反応アルコール1～4%のものが硫酸化直後に通常得られる組成である。アルキル硫酸エステルは、貯蔵時

に分解して遊離硫酸と脂肪アルコールとなる。したがつて本発明の実施に當つては出来るだけ硫酸化してからすぐ中和装置に送ることがのぞましい。またいつたん貯蔵する場合には、滞留時間は数時間以内で、かつアルキル硫酸エステルの融点以上でできる限り低い温度に保つことが必要である。

本発明においてアルキルベンゼンスルホン酸とアルキル硫酸エステルの比率が重量比で $\frac{1}{2}$ ～ $\frac{1}{4}$ の範囲にあることが重要である。この比が $\frac{1}{2}$ より大きいと粉砕が難しく、自由流動性に劣る。又この比が $\frac{1}{4}$ より小さいと、実用上、アルキル硫酸エステルのみの場合と変わらず、製造コスト上のメリットもなくなるため、本発明の目的には適当でない。

本発明で用いられる炭酸ナトリウムとしてはデンス灰（見かけ比重約1.0）ないしはライト灰（見かけ比重約0.6）のいずれでもよいが、反応は主に炭酸ナトリウムの表面を介しておこることから、比表面積の大きなライト灰の方が

反応性は良好である。また炭酸ナトリウムの粉砕品を用いることも可能であり、反応性もより良好となる。

炭酸ナトリウムとしては、無水物または1水和物を用いることができる。未中和物1モルに対し、炭酸ナトリウムが2モル未満であると反応性にとぼしく、反応に長時間かかり、後工程まで、未中和の酸の状態で残る量が多く、製品の粉末物性等に悪影響を及ぼす。又炭酸ナトリウムが10モル以上では、反応性に対する効果は小さくなく、経済的にも、また濃縮という目的からも好ましくない。

水分は、中和時に加えられる他の成分の水分、炭酸ナトリウム中の水分及び未中和物中の水分から導入されるがあらたに水だけを加えることも可能である。

中和時に加えられる他の成分とは、水酸化ナトリウム水溶液、ケイ酸ナトリウム及びその水溶液、カルボキシ基及び（又は）ヒドロキシ基を含む高分子量の有機基合体及びその水溶液、

ポリアルキレングリコール及びその水溶液、香料及びその水溶液、螢光染料及びその水溶液、顔料及びその水溶液等の洗剤成分として有効に作用しうるものが基本となる。中和時にゼオライト等のビルダーを少量加えることも可能であるが、大量に加える場合には酸によつてゼオライトの骨格構造がこわれゼオライト自身のイオン交換能が低下するため好ましくない。

これらの導入され得る成分中には中和反応を促進させる効果のあるものがある。例えば、少量の水酸化ナトリウム水溶液及びケイ酸ナトリウム水溶液の添加は、中和反応を促進させると共に、アルカリ成分として未中和物との反応に寄与する。ケイ酸ナトリウムとしてはケイ酸の各種ナトリウム塩、例えばメタケイ酸ナトリウム及びその種々の割合の水化物、オルトケイ酸ナトリウムなどが使用でき、更には水ガラスなども実用しうる。

またカルボキシ基及び（又は）ヒドロキシ基を含む高分子量の有機基合体及びその水溶液

は洗剤成分として有効であり、通常分子量500～100,000のものが用いられる。これらの成分を中和混合時に導入することによつて、洗剤として適度な硬さをもたせることができ、後工程の破碎造粒に有効に作用する場合がある。

カルボキシ基及び(又は)ヒドロキシ基を含む高分子量の有機重合体として適当な化合物としては、アクリル酸、ヒドロキシアクリル酸、マレイン酸、イタコン酸、メサコン酸、アコニツト酸及びこれらに類するものの重合体及び共重合体、及びポリビニルアルコール等があげられる。ポリアルキレングリコールとしては、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール及びこれらに類するものの重合体及び共重合体 that あげられる。

本発明に於て未中和物1モルに対して1モル未満の水分の導入の場合、中和反応の速度が遅く、反応を完結させるためには、長時間の滞留時間が必要となり、実用的でない。一方未中和物1モルに対して10モル以上の水分の導入は、

得られた中和物の粘着性に懸点があると共に、後工程の破碎がスムーズに行なえなくなるので不適当である。水分の量は好ましくは未中和混合物1モルに対し1～5モルである。

本発明において中和反応に用いられる装置は、混練機のような、強力な剪断力を与えられるものであり、ホンダコンティニューアスニーダー(本田鉄工(株))、マルチパーパスコンティニューアスミキサー(BAKER PERKINS INC.)、KROニーダー(栗本鉄工(株))、ネスコニーダー(富士産業(株))等が挙げられる。上述の混練機は、いずれも未中和物と炭酸ナトリウムとの接触機会を増すような機構を有しており、連続でセルフクリーニング機構をもつという特徴がある。

中和は中和装置内での混合中に完了させるようにしてもよいし、又混合后冷却熟成しながら完了させることもできる。

冷却・熟成は、流動床、ベルト冷却機、ニューマ輸送、エアースライダーでの冷却、攪拌冷

却等によつて行ないうる。通常50℃以下まで冷却后、粉碎を行なう。粉碎機は、フィッツミル、リンネックスミル(ホンカワミクロン(株))、パラプレックス(富士産業(株))、ロータリーカッターミル(奈良機械(株))等が適当である。

この際必要に応じて他の成分を配合することが出来、例えば本発明に係る組成物が洗剤に用いるものであれば、粉碎時にアルミノケイ酸塩、ケイ酸塩、リン酸塩、硫酸塩、香料、顔料、非イオン界面活性剤、泡発安定化剤、繊維軟化剤、漂白剤などの周知の洗剤配合物を加え同時に粉碎することができる。

本発明の方法に於てアルキルベンゼンスルホン酸のみを炭酸ナトリウムで中和した場合の中和物、ないしは水酸化ナトリウム溶液中で中和した水溶液の噴霧乾燥により得られた中和物は、粘着性があり粉碎等の工程に問題があると共に、高濃縮粉末洗剤に配合した場合に均質な流動性に優れた製品が得られないという粉末物性上の

欠点を有する。しかるに本発明によれば、中和物の粉末物性は著るしく改善され、高濃縮粉末洗剤に配合した場合、均質な流動性に優れた製品が得られると共に、アルキル硫酸エステルの分解も少ない中和物が得られるという利点がある。

以下本発明の実施例を示すが、本発明は実施例により限定されるものではない。

実施例1

FM-NES-120型ネスコニーダー(富士産業(株)製)に以下の組成の原料を定量供給した。

直鎖アルキルベンゼンスルホン酸($\bar{n}=12$)	4.5 kg/H (15.25モル)
アルキル硫酸エステル($\bar{n}=12.5$)	1.5 kg/H (5.64モル)
無水ライト灰	4.5 kg/H (42.45モル)
20 wt% NaOH水溶液	5 kg/H (NaOH 25.0モル H ₂ O 222.2モル)

直鎖アルキルベンゼンスルホン酸は、常法によ

り硫酸化后約30℃に保存されたものを用い、純度96%、遊離硫酸1.2%、水分0.4%、油分2.4%であつた。またアルキル硫酸エステルは公知の方法で、硫酸化后、すぐに本実施例に用いられた。硫酸化装置から中和装置にいたるまでの平均滞留時間は、約1時間であつた。

中和装置から出た時の反応物は約70℃であり、ベルト冷却装置で約30℃まで冷却后、3,000μ以下の粒径となるように粉砕して以下の組成の界面活性剤粉体組成物を得た。

直鎖アルキルベンゼンスルホン酸Na塩	46 kg/Hr
アルキル硫酸エステル塩	15 "
炭酸ナトリウム	55 "
油分及び芒硝	3 "
水	6 "

得られた界面活性剤粉体はサラサラしており、取扱いが容易であつた。

この粉体にゼオライト粉末を20重量%加え、洗剤としての評価を行なつた。結果を表1に示す。

比較例 1

実施例1のアルキル硫酸エステルに代え、更に15kg/H増の直鎖アルキルベンゼンスルホン酸を用い同様の操作を行つたが、粉砕が非常に困難であつた。得られた粉体にゼオライトを20重量%加え実施例1と同様洗剤としての評価を行なつた。結果を表1に示す。

尚表1に於ける洗剤の評価方法は次の通りである。

1) 洗浄力

JIS法に従い、市販洗剤を基準としてシエツフエの一対比較法により測定した。

危険率5%で
+優位
±同等
-劣る

2) 起泡力

市販電気洗濯機に20℃の水道水30gを注加し、洗剤20g(市販洗剤は40g)を添加し溶解する。木綿肌着1kgと人工油性汚れ(綿実油)とを入れ、攪反転10分後の

泡立ち状態を判定した。

3) 溶解性

イオン交換水1gを10℃に保ちマグネタツタスターでゆるやかに攪拌しておき、洗剤1.33gを添加する。5分後、洗剤液を200メッシュの篩に通し、篩上の残量を秤量した。

4) 固結性

防湿剤を使用していない市販の洗剤用カートンに洗剤粉末を封入する。本発明品は22mm(W)×30.5mm(H)×4.5mm(D)に2.6kgを、対照品は25.5×37.5×10の箱に2.6kgを封入した。30℃、80%RHに5週間貯置後4mm×4mmの篩上に粉末をあげ、篩上に残つた粉末重量A(kg)、通過した^{重量}B(kg)を測定し、下式により通過率(O)を求めた。

$$O(\%) = \frac{B}{A+B} \times 100$$

表 1

	洗浄力	起 泡 力 (最大泡高さmm)	溶解性 (%)	固結性 O (%)
実施例1	±	10	0.1	45
比較例1	±	10	0.15	5
市販洗剤	基準	10	0.8	58